

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-269064

(43)Date of publication of application : 29.11.1991

(51)Int.Cl.

C09B 67/50

C09B 47/04

G03G 5/06

(21)Application number : 02-068089

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 20.03.1990

(72)Inventor : TOKIDA AKIHIKO
SAKAGUCHI YASUO
NUKADA HIDEMI
YAMAMOTO KOICHI
DAIMON KATSUMI(54) TITANYLPHTHALOCYANINE CRYSTAL AND ELECTROPHOTOGRAPHIC
PHOTOSENSITIVE FORM USING SAME

(57)Abstract:

NEW MATERIAL: A crystal giving diffraction peaks at 27.2° , 24° , 18° , 14.3° and 9.5° of Bragg angle (2θ , ± 0.2) in the X-ray diffraction pattern.

USE: A photoconductive material for electrophotographic photosensitive forms to be used in e.g. printers utilizing semiconductor laser. Highly sensitive and excellent in durability.

PREPARATION: For example, titanylphthalocyanine prepared by reaction between 1.3-diiminoisoindoline and titanium tetrabutoxide is added to concentrated sulfuric acid and dissolved or slurried. Thence, the resulting solution or slurry is put into water to effect deposition of (quasi-)noncrystalline titanylphthalocyanine, which is then treated with a mixed solvent of an aromatic solvent and water.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-269064

⑤ Int. Cl.⁵

C 09 B 67/50

47/04

G 03 G 5/06

識別記号

Z

3 7 1

庁内整理番号

7433-4H

7537-4H

6906-2H

⑬ 公開 平成3年(1991)11月29日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全12頁)

⑭ 発明の名称 チタニルフタロシアニン結晶及びそれを用いた電子写真感光体

⑮ 特 願 平2-68089

⑯ 出 願 平2(1990)3月20日

⑰ 発 明 者 常 田 明 彦 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社
竹松事業所内

⑰ 発 明 者 坂 口 泰 生 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社
竹松事業所内

⑰ 発 明 者 額 田 秀 美 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社
竹松事業所内

⑰ 出 願 人 富士ゼロックス株式会 東京都港区赤坂3丁目3番5号
社

⑰ 代 理 人 弁理士 渡 部 剛
最終頁に続く

明細書

感光体。

1. 発明の名称

チタニルフタロシアニン結晶及びそれを用いた
電子写真感光体

2. 特許請求の範囲

(1) X線回折図において、ブラッグ角度(2θ
 $\pm 0.2^\circ$)の少なくとも 27.2° 、 24.0° 、 18.0° 、
 14.3° 及び 9.5° に回折ピークを示す新規チタニ
ルフタロシアニン結晶。

(2) X線回折図において、ブラッグ角度(2θ
 $\pm 0.2^\circ$)の 27.2° 、 24.0° 、 18.0° 、 14.3° 及び
 9.5° に回折ピークを示す新規チタニルフタロシ
アニン結晶よりなる電子写真感光体用光導電材料。

(3) 支持体上に、X線回折図において、ブラッ
グ角度($2\theta \pm 0.2^\circ$)の少なくとも 27.2° 、
 24.0° 、 18.0° 、 14.3° 及び 9.5° に回折ピーク
を示す新規チタニルフタロシアニン結晶を含有す
る感光層を設けてなることを特徴とする電子写真

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、光導電材料として有用なチタニルフ
タロシアニンの新規な結晶、その製造方法及びそ
れを用いた電子写真感光体に関する。

(従来の技術)

従来、電子写真感光体における感光材料として
は、種々ものが提案されており、そして、感光
層を電荷発生層と電荷輸送層とに分離した積層型
の電子写真感光体に関しても、電荷発生材料とし
て種々の有機化合物が提案されている。

近年、従来提案された有機光導電材料の感光波
長域を、近赤外線半導体レーザーの波長(780～
830nm)にまで伸ばし、レーザープリンター等の
デジタル記録用の感光体として使用することの要
求が高まっており、この観点から、スクエアリリ
ウム化合物(特開昭49-105538号及び同58-21418
号公報)、トリフェニルアミン系トリスアゾ化合

物(特開昭81-151659号公報)、フタロシアニン化合物(特開昭48-34189号及び同57-148745号公報)等が、半導体レーザー用の光導電材料として提案されている。

半導体レーザー用の感光材料として、有機光導電材料を使用する場合は、まず、感光波長域が長波長まで伸びていること、次に、形成される感光体の感度、耐久性がよいことなどが要求される。前記の有機光導電材料は、これ等の諸条件を十分に満足するものではない。

これ等の欠点を克服するために、前記の有機光導電材料について、結晶型と電子写真特性の関係が検討されており、特にフタロシアニン化合物については多くの報告が出されている。

一般に、フタロシアニン化合物は、製造方法、処理方法の違いにより、幾つかの結晶型を示し、この結晶型の違いは、フタロシアニン化合物の光電変換特性に大きな影響を及ぼすことが知られている。フタロシアニン化合物の結晶型については、例えば、銅フタロシアニンについてみると、安定

系の β 型以外に、 α 、 ϵ 、 π 、 κ 、 ρ 、 γ 、 δ 等の結晶型が知られており、これ等の結晶型は、機械的歪力、硫酸処理、有機溶剤処理及び熱処理等により、相互に転移が可能であることが知られている(例えば米国特許第2,770,629号、同第3,180,635号、同第3,708,292号及び同3,357,989号明細書)。また、特開昭50-38543号公報には、銅フタロシアニンの結晶型の違いと電子写真特性について、 α 、 β 、 γ 及び ϵ 型の比較では、 ϵ 型が最も高い感度を示すことが記載されている。

チタニルフタロシアニンについても、種々の結晶型のものが提案されており、例えば特開昭82-67094号、同83-365号及び同84-17066号公報等には、種々のチタニルフタロシアニンの結晶型及びそれを用いた電子写真感光体が記載されている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、上記した従来提案されているフタロシアニン化合物は、感光材料として使用した場合の光感度と耐久性の点が、未だ十分満足のいくものではなく、新たな結晶型のフタロシアニン

化合物の開発が望まれている。

本発明は、従来の技術における上記のような実状に鑑みてなされたものである。

すなわち、本発明の目的は、チタニルフタロシアニンの新規な結晶を提供することにある。

本発明の他の目的は、チタニルフタロシアニンの新規な結晶よりなる高い感度と耐久性を有する光導電材料、及びそれを含有する電子写真感光体を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明者等は、検討の結果、チタニルフタロシアニンに簡単な処理を施すことによって、光導電材料として高い感度と耐久性を有する新規な結晶が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の新規なチタニルフタロシアニン結晶は、X線回折図において、ブラッグ角度($2\theta \pm 0.2$)の 27.2° 、 24.0° 、 18.0° 、 14.3° 及び 9.5° に回折ピークを示すことを特徴とするものである。

本発明の上記チタニルフタロシアニン結晶は、電子写真感光体用の光導電材料として有用なものである。感光層に含有させて電子写真感光体を製造することができる。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明における光導電材料として使用されるチタニルフタロシアニン結晶は、少なくともブラッグ角度($2\theta \pm 0.2$)の少なくとも 27.2° 、 24.0° 、 18.0° 、 14.3° 及び 9.5° に回折ピークを示す新規な結晶である。

この新規な結晶は、次のようにして製造することができる。

まず、合成によって得られたチタニルフタロシアニン、例えば1,8-ジイミノイソインドリンとチタニウムテトラブトキシドとを反応させることによって得られたチタニルフタロシアニンを濃硫酸に投入し、溶解又はスラリー化させる。次に、得られた濃硫酸溶液又はスラリーを水に投入し、非晶質もしくは準非晶質のチタニルフタロシアニンを析出させた後、芳香族溶媒と水の混合溶媒で処

理する。或いは、得られた濃硫酸溶液又はスラリーをアルコールと水の混合溶媒又は芳香族溶媒と水の混合溶媒に投入し、結晶を析出させる。

上記の場合使用する溶剤としては、アルコール系溶媒として、メタノール、エタノール等があげられ、芳香族系溶媒として、ベンゼン、トルエン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン及びフェノール等があげられる。また、これ等溶媒を混合溶媒として用いる場合、その混合比(容量)としては、アルコール系溶媒/水=99/1~10/90、好ましくは99/1~50/50、芳香族系溶媒/水=1/99~50/50、好ましくは8/97~60/40の範囲が採用される。

次に、上記のチタニルフタロシアニン結晶を感光層における光導電性材料として使用した電子写真感光体について、図面を参照して説明する。

第5図ないし第10図は、本発明の電子写真感光体の層構成を示す模式図である。第5図ないし第8図は、感光層が積層型構成を有する例であって、第5図においては、導電性支持体1上に電荷

発生層2が形成され、その上に電荷輸送層3が設けられており、第7図においては、導電性支持体1上に電荷輸送層3が形成され、その上に電荷発生層2が設けられている。また、第6図及び第8図においては、導電性支持体1上に下引き層4が設けられている。また、第9図及び第10図は、感光層が単層構造を有する例であって、第9図においては、導電性支持体1上に光導電層5が設けられており、第10図においては、導電性支持体1上に下引き層4が設けられている。

本発明の電子写真感光体が、第5図ないし第8図に記載の如き積層構造を有する場合において、電荷発生層は、上記チタニルフタロシアニン結晶及び結着樹脂から構成される。結着樹脂は、広範な絶縁性樹脂から選択することができ、また、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピレン等の有機光導電性ポリマーから選択することもできる。好ましい結着樹脂としては、ポリビニルブチラール、ポリアリレート(ビスフェノールAとフタル酸の重縮合体等)、

ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド、ポリアミド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等の絶縁性樹脂をあげることができる。

電荷発生層は、上記結着樹脂を有機溶剤に溶解した溶液に、上記チタニルフタロシアニン結晶を分散させて塗布液を調製し、それを導電性支持体の上に塗布することによって形成することができる。その場合、使用するチタニルフタロシアニン結晶と結着樹脂との配合比は、40:1~1:10、好ましくは10:1~1:4である。チタニルフタロシアニン結晶の比率が高すぎる場合には、塗布液の安定性が低下し、低すぎる場合には、感度が低下するので、上記範囲に設定するのが好ましい。

使用する溶剤としては、下層を溶解しないものから選択するのが好ましい。具体的な有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノ

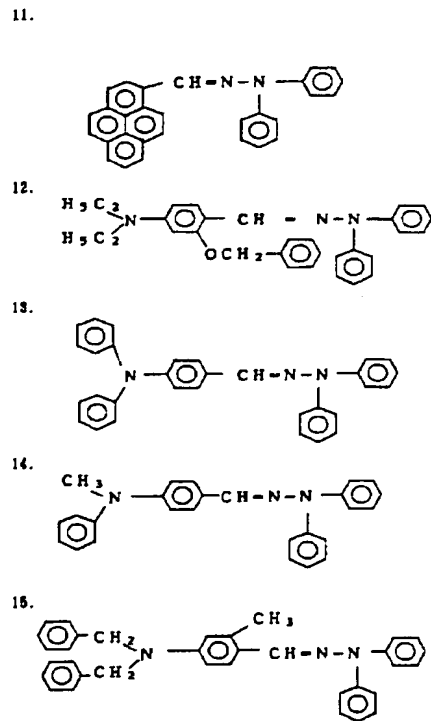
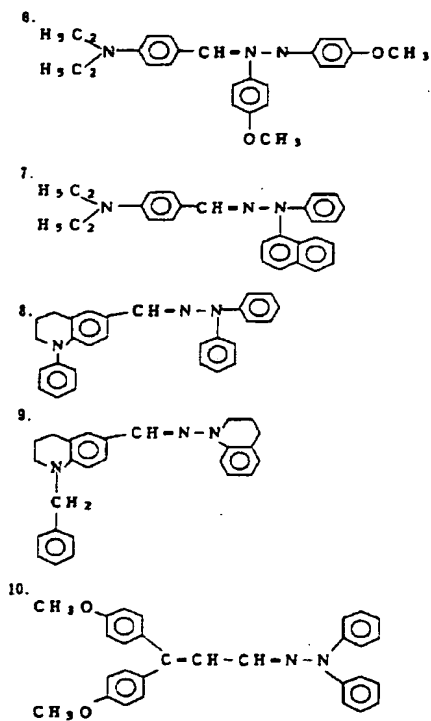
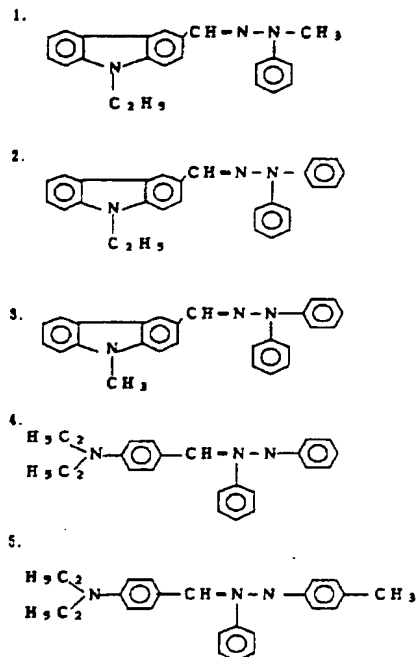
ール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテル等のエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、リグロイン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼン等の芳香族炭化水素等を用いることができる。

塗布液の塗布は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ビードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法等のコーティング法を用いることができる。また、乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、30~200℃の温度で5分~2時

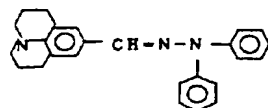
間の範囲で静止又は送風下で行うことができる。
また、電荷発生層の膜厚は、通常、0.05～5 μm程度になるように塗布される。

電荷輸送層は、電荷輸送材料及び結着樹脂より構成される。

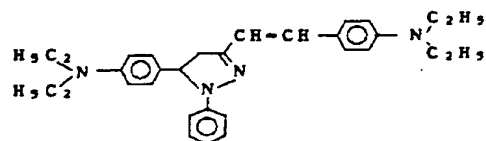
電荷輸送材料としては、例えばアントラセン、ピレン、フェナントレン等の多環芳香族化合物、インドール、カルバゾール、イミダゾール等の含窒素複素環を有する化合物、ピラゾリン化合物、ヒドラゾン化合物、トリフェニルメタン化合物、トリフェニルアミン化合物、エナミン化合物、スチルベン化合物等、公知のものならば如何なるものでも使用することができるが、例えば、下記式で示される化合物をあげることができる。



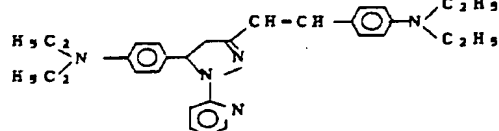
16.



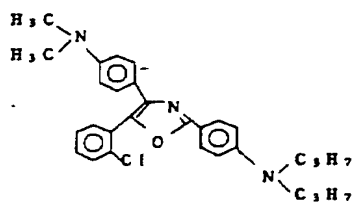
17.



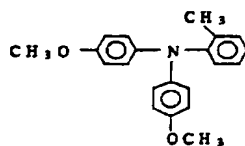
18.



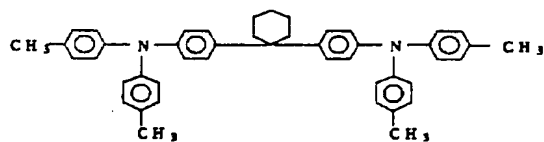
19.



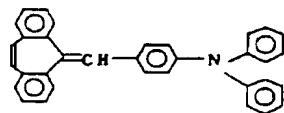
24.



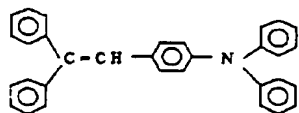
25.



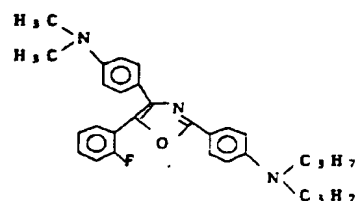
26.



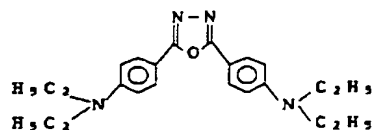
27.



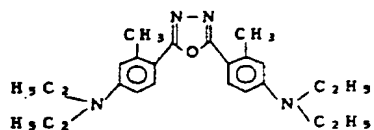
20.



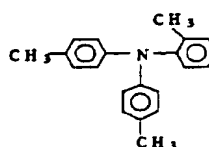
21.



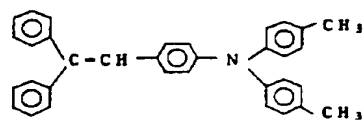
22.



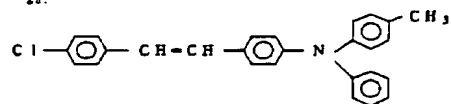
23.



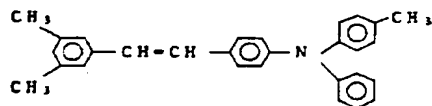
28.



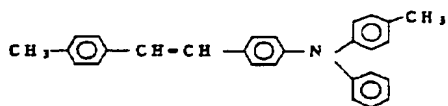
29.



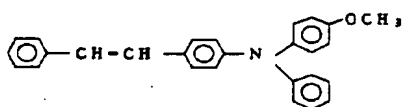
30.

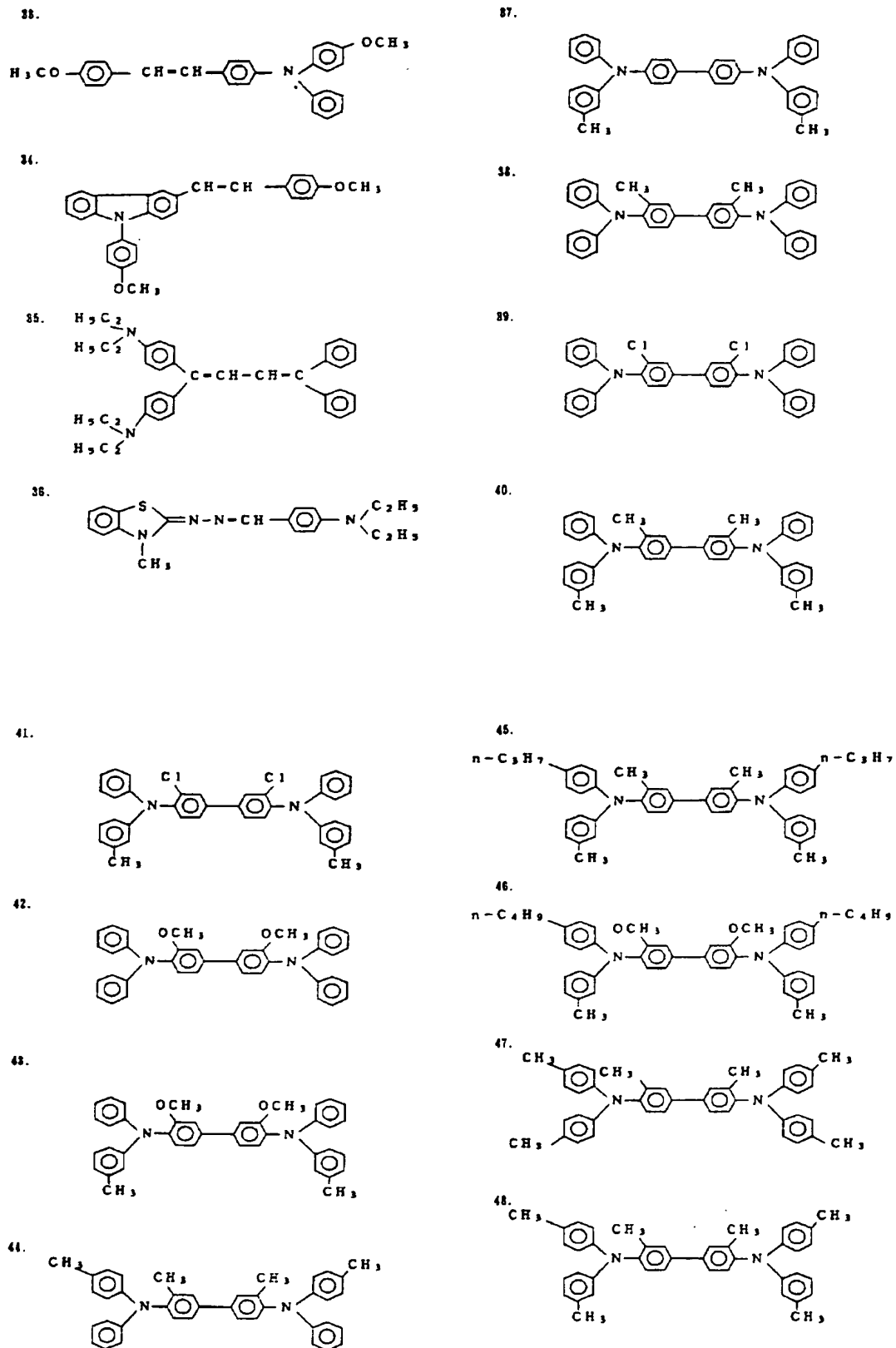


31.

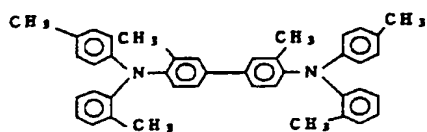


32.

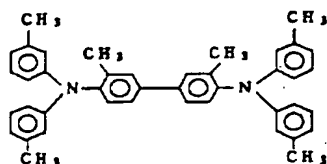




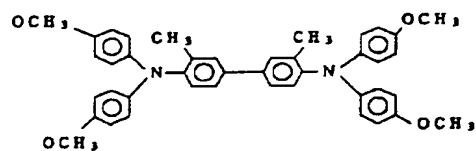
49.



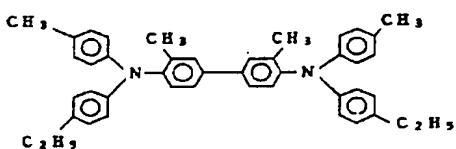
50.



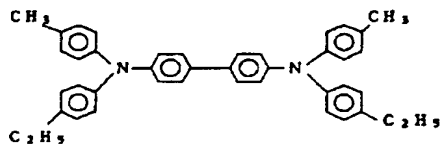
51.



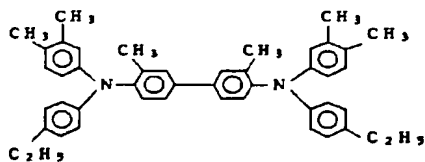
52.



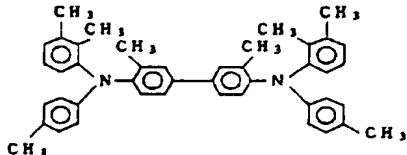
57.



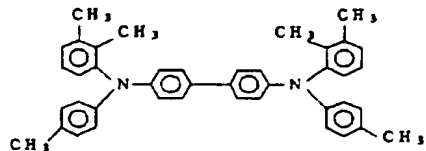
58.



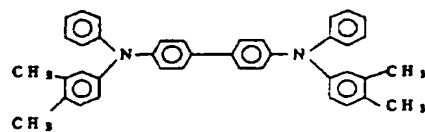
59.



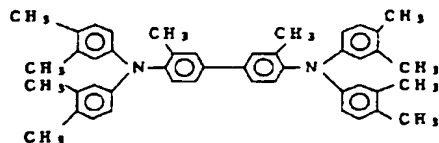
60.



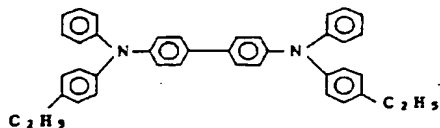
53.



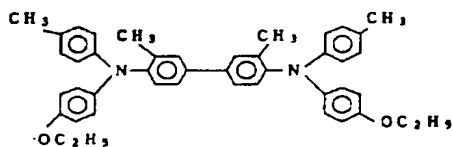
54.



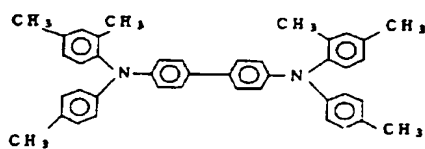
55.



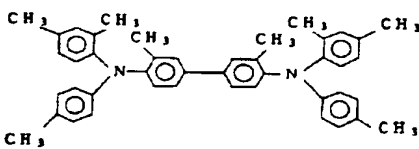
56.



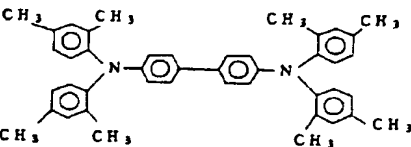
61.



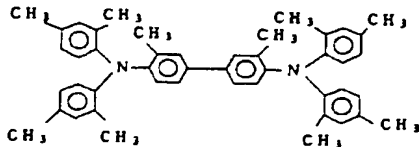
62.



63.



64.



更にまた、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ハロゲン化ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニリアントラセン、ポリ-N-ビニルフェニリアントラセン、ポリビニルピレン、ポリビニルアクリジン、ポリビニルアセナフチレン、ポリグリンジルカルバゾール、ピレンホルムアルデヒド樹脂、エチルカルバゾールホルムアルデヒド樹脂等の光導電性ポリマーがあげられ、これ等はそれ自体で層を形成してもよい。

また、結着樹脂としては、上記した電荷発生層に使用されるものと同様な絶縁性樹脂が使用できる。

電荷輸送層は、上記電荷輸送材料及び結着樹脂及び上記と同様な下層を溶解しない有機溶剤とを用いて塗布液を調製した後、同様に塗布して形成することができる。電荷輸送材料及び結着樹脂との配合比(重量部)は、通常5:1~1:5の範囲で設定される。また、電荷輸送層の膜厚は、通常5~50 μ m程度に設定される。

電子写真感光体が、第9図及び第10図に示さ

ルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピリジン、セルロースエーテル類、セルロースエステル類、ポリアミド、ポリウレタン、カゼイン、ゼラチン、ポリグルタミン酸、澱粉、スターチアセテート、アミノ澱粉、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ジルコニウムキレート化合物、ジルコニウムアルコキシド化合物、有機ジルコニウム化合物、チタニルキレート化合物、チタニルアルコキシド化合物、有機チタニル化合物、シランカップリング剤等があげられる。下引き層の膜厚は、0.05~2 μ m程度に設定するのが好ましい。

(実施例)

以下、実施例によって本発明を説明する。

チタニルフタロシアニンの合成例

1,3-ジイミノイソインドリン8部、チタニウムテトラブトキシド1.7部を1-クロルナフタレン20部中に入れ、190℃において5時間反応させた後、生成物を濾過し、アンモニア水、水、アセトンで洗浄し、チタニルフタロシアニン結晶4.0部を得た。得られたチタニルフタロシアニン結晶の粉末

れる単層構造を有する場合においては、感光層は上記のチタニルフタロシアニン結晶が電荷輸送材料及び結着樹脂よりなる層に分散された構成を有する光導電層よりなる。その場合、電荷輸送材料及び結着樹脂との配合比は、1:20~5:1、チタニルフタロシアニン結晶と電荷輸送材料及び結着樹脂との配合比は、1:10~10:1程度に設定するのが好ましい。電荷輸送材料及び結着樹脂は、上記と同様なものが使用され、上記と同様にして光導電層が形成される。

導電性支持体としては、電子写真感光体として使用することが公知のものならば、如何なるものでも使用することができる。

本発明において、第6図、第8図及び第10図に示すように、導電性支持体上に下引き層が設けられてもよい。下引き層は、導電性支持体からの不必要な電荷の注入を阻止するために有効であり、感光層の帯電性を高める作用がある。さらに感光層と導電性支持体との密着性を高める作用もある。下引き層を構成する材料としては、ポリビニルア

X線回折図を、第3図に示す。

実施例1

合成例で得たチタニルフタロシアニン結晶2.0部を97%硫酸100部に5℃で溶解した後、氷水1800部中に注ぎ、チタニルフタロシアニンの析出物を濾過し、希アンモニア水と水で洗浄した後、乾燥して、1.6部のチタニルフタロシアニン粉末を得た。得られたチタニルフタロシアニン粉末の粉末X線回折図を第4図に示す。

次にこのチタニルフタロシアニン粉末1.0部を水10部、モノクロロベンゼン1部の混合溶媒中で、50℃において1時間攪拌した後、濾過し、メタノールと水で洗浄して、チタニルフタロシアニン結晶0.9部を得た。得られた結晶の粉末X線回折図を第1図に示す。

実施例2

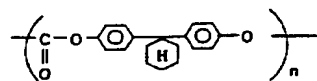
上記合成例で得たチタニルフタロシアニン結晶2.0部を97%硫酸100部に5℃で溶解した後、氷冷したメタノール400部と水400部の混合溶媒中に注ぎ、析出した結晶を濾過し、メタノール、希

アンモニア水、次いで水で洗浄した後、乾燥して、1.8 部のチタニルフタロシアニン結晶を得た。得られたチタニルフタロシアニン結晶の粉末X線回折図を第2図に示す。

実施例3

実施例1で得たチタニルフタロシアニン結晶1部をポリビニルブチラール（商品名：エスレック BM-1、積水化学製）1部及びシクロヘキサノン100部と混合し、ガラスビーズと共にペイントシェーカーで1時間処理して分散した後、得られた塗布液を、浸漬コーティング法でアルミニウム基板上に塗布し、100℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.2 μmの電荷発生層を形成した。

次に、前記例示化合物(37)2部と下記構造式



で示されるポリ(4,4'-シクロヘキシリデンジフェニレンカーボネート)8部を、モノクロロベンゼン20部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層

Al110、日本ユニカー製)2部、イソプロピルアルコール30部、n-ブタノール30部からなる塗布液を用いて、浸漬コーティング法で塗布し、150℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.1 μmの下引き層を形成した。

次に、この下引き層の上に、実施例3と同様の方法で、電荷発生層と電荷輸送層を形成した。得られた感光体を実施例3と同様の方法で評価した。得られた結果を第1表に示す。

実施例5

アルミニウム基板上に、ポリアミド（商品名：CN8000、東レ製）5部、メタノール4部、n-ブタノール1部からなる塗布液を用いて、浸漬コーティング法で塗布し、150℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.8 μmの下引き層を形成した。

次に、この下引き層の上に、実施例3と同様の方法で、電荷発生層と電荷輸送層を形成した。得られた感光体を実施例3と同様の方法で評価した。得られた結果を第1表に示す。

実施例6

が形成されたアルミニウム基板上に、浸漬コーティング法で塗布し、120℃において1時間加熱乾燥し、膜厚20 μmの電荷輸送層を形成した。

得られた電子写真感光体を、常温常湿(20℃、50%RH)の環境の中で、静電複写紙試験装置(EPA-8100、川口電機製)を用いて、-6KVのコロナ放電を行い帯電させた後、タングステンランプの光を、モノクロメーターを用いて800nmの単色光にし、感光体表面上で1 μV/cmになるように調整し、照射した。そして、その表面電位が初期V₀（ボルト）の1/2になるまでの露光量E_{1/2}（erg/cm²）を測定し、その後10ルクスのタングステン光を1秒間感光体表面上に照射し、残留電位V_Rを測定した。さらに、上記の帯電、露光を1000回繰り返した後のV₀、E_{1/2}、V_Rを測定した。その結果を第1表に示す。

実施例4

アルミニウムメッキ板上に、有機ジルコニウム化合物（商品名：オルガチックスZC540、松本製薬製）10部、シランカップリング材（商品名：

アルミニウム基板上に、部分アセトアセタール化ポリビニルアルコール1部、水1部、プロパノール8部からなる塗布液を用いて、浸漬コーティング法で塗布し、150℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.2 μmの下引き層を形成した。

次に、この下引き層の上に、実施例3と同様の方法で、電荷発生層と電荷輸送層を形成した。得られた感光体を実施例3と同様の方法で評価した。得られた結果を第1表に示す。

実施例7

アルミニウム基板上に、タイプ8ナイロン（商品名：ラッカマイド5003、大日本インキ製）5部、メタノール8部、n-ブタノール2部からなる塗布液を用いて、浸漬コーティング法で塗布し、150℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.2 μmの下引き層を形成した。

次に、この下引き層の上に、実施例3と同様の方法で、電荷発生層と電荷輸送層を形成した。得られた感光体を実施例3と同様の方法で評価した。得られた結果を第1表に示す。

実施例 8

実施例 2 で得られたチタニルフタロシアニン結晶を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 9

電荷輸送材料として、前記例示化合物(35)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 10

電荷輸送材料として、前記例示化合物(15)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 11

電荷輸送材料として、前記例示化合物(11)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 16

電荷輸送材料として、前記例示化合物(55)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

比較例 1

電荷発生材料として、合成例で得た第 3 図で示される粉末 X 線回折図を示すチタニルフタロシアニンを用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

比較例 2

電荷発生材料として、実施例 1 の中間段階で得た第 4 図で示される粉末 X 線回折図を示すチタニルフタロシアニンを用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 12

電荷輸送材料として、前記例示化合物(26)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 13

電荷輸送材料として、前記例示化合物(28)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 14

電荷輸送材料として、前記例示化合物(38)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

実施例 15

電荷輸送材料として、前記例示化合物(52)を用いた以外は、実施例 3 と同様の方法で電子写真感光体を作製し、同様に評価を行った。結果を第 1 表に示す。

第 1 表

	1 回 目			1000 回 目		
	V_0 (V)	$E_{1/2}$ (erg/cd)	V_a (V)	V_0 (V)	$E_{1/2}$ (erg/cd)	V_a (V)
実施例 3	-820	1.3	0	-810	1.3	0
実施例 4	-885	1.4	0	-880	1.5	0
実施例 5	-840	1.3	0	-830	1.6	0
実施例 6	-860	1.4	0	-855	1.4	0
実施例 7	-840	1.4	0	-840	1.4	0
実施例 8	-840	1.3	0	-830	1.3	0
実施例 9	-810	1.4	0	-790	1.4	0
実施例 10	-820	1.4	5	-800	1.4	5
実施例 11	-810	1.3	0	-800	1.3	0
実施例 12	-840	1.4	0	-830	1.4	5
実施例 13	-825	1.4	0	-815	1.4	0
実施例 14	-810	1.4	0	-790	1.4	0
実施例 15	-880	1.3	0	-880	1.3	0
実施例 16	-840	1.3	0	-830	1.3	0
比較例 1	-780	4.1	10	-750	3.8	15
比較例 2	-780	8.7	10	-720	3.5	20

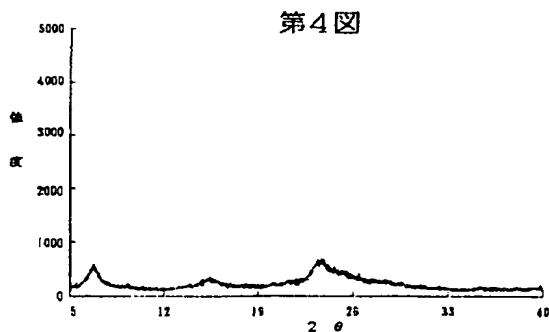
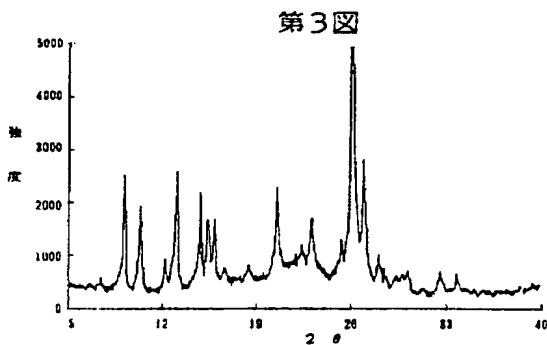
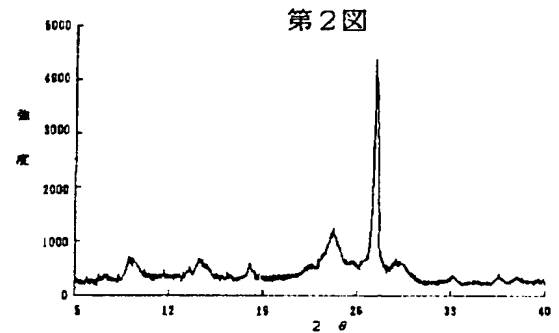
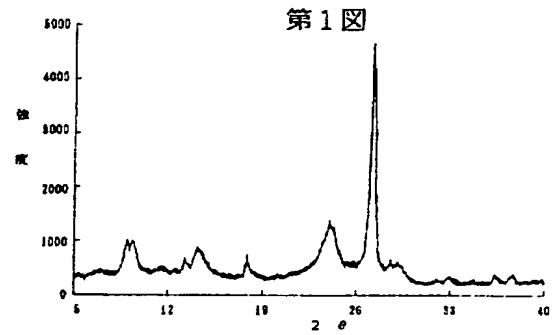
(発明の効果)

本発明のチタニルフタロシアニン結晶は、上記のように新規な結晶型を有するものであって、感光波長域が長波長まで伸びているため、半導体レーザーを利用するプリンター等の電子写真感光体用の光導電材料として非常に有用である。また、上記の新規な結晶型を有するチタニルフタロシアニン結晶を用いて形成された本発明の電子写真感光体は、優れた感度及び耐久性を有している。

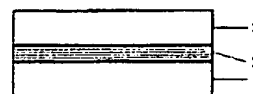
4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図は、それぞれ実施例1及び2のチタニルフタロシアニン結晶のX線回折図、第3図及び第4図は、それぞれ比較例1及び2で用いたチタニルフタロシアニン結晶のX線回折図、第5図ないし第10図は、それぞれ本発明の電子写真感光体の模式的断面図を示す。

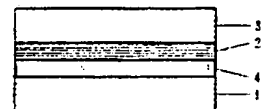
1…導電性支持体、2…電荷発生層、3…電荷輸送層、4…下引き層、5…光導電層。



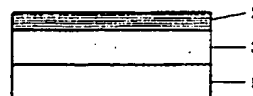
1…導電性支持体 2…電荷発生層
3…電荷輸送層 4…下引き層
5…光導電層



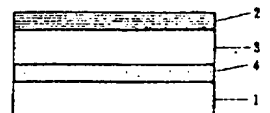
第5図



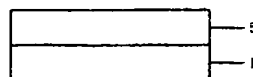
第6図



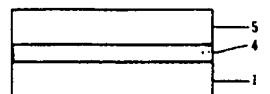
第7図



第8図



第9図



第10図

第1頁の続き

⑫発明者	山本	孝一	神奈川県南足柄市竹松1600番地 竹松事業所内	富士ゼロックス株式会社
⑬発明者	大門	克己	神奈川県南足柄市竹松1600番地 竹松事業所内	富士ゼロックス株式会社